

(19)日本国特許庁(JP)

(12) 公開特許公報(A)

(11)特許出願公開番号

特開平6-93206

(43)公開日 平成6年(1994)4月5日

(51)Int.Cl. <sup>5</sup>	識別記号	庁内整理番号	F I	技術表示箇所
C 0 9 C 3/06	P B T	8218-4 J		
C 0 3 C 17/34		Z 7003-4 G		
C 0 9 C 1/62	P B L	8218-4 J		
C 0 9 D 5/38	P R F	7211-4 J		
C 2 3 C 28/02				

審査請求 有 請求項の数1(全 4 頁)

(21)出願番号	特願平4-268009	(71)出願人	591166709 大阪真空工業株式会社 大阪府大阪市平野区加美北4丁目6番50号
(22)出願日	平成4年(1992)9月9日	(72)発明者	安達 直祐 大阪市平野区加美北4丁目6番50号 大阪 真空工業株式会社内
		(72)発明者	松林 宏 大阪市平野区加美北4丁目6番50号 大阪 真空工業株式会社内
		(72)発明者	大江 高彦 大阪市平野区加美北4丁目6番50号 大阪 真空工業株式会社内
		(74)代理人	弁理士 佐當 彌太郎

最終頁に続く

(54)【発明の名称】 有彩色の光輝性パウダー

(57)【要約】

【目的】 太陽光のような直射光を受けると、沈潜した状態で深みのある星座のような独立光を点在的に発する塗装面や成形面を形成することができ、また、七色の有彩光の内の選定した任意の一色または任意の複数色の有彩光を発する優れた光輝性をもつパウダー。

【構成】 表面が金属光沢を有する平板状の微細粉末の表面に、透明で平滑な二酸化チタンの薄膜と同様に透明で平滑な二酸化ケイ素の薄膜とを交互に二層以上六層積層形成したもの。

(2)

## 【特許請求の範囲】

【請求項1】 表面が金属光沢を有する平板状の微細粉末の表面に、透明で平滑な二酸化チタンの薄膜と同様に透明で平滑な二酸化ケイ素の薄膜とを交互に二層以上六層積層形成してなる有彩色の光輝性パウダー。

## 【発明の詳細な説明】

## 【0001】

【産業上の利用分野】本発明は、光透過性の塗料・インキ等のワニスに混合し、分散させて塗布したり、光透過性の合成樹脂素材に混合し、シート状・板状その他所要形状に押し出し成形することによって、各種所要固体の表面若しくは内部に、外光を受けるとそれぞれのパウダーの色に応じた赤・橙・黄・緑・青・藍・紫等、適宜選択した一色若しくは複数色の深みのある星座のような独立的な反射光を点在的に発する塗装面若しくは成形面をもった成型品を得ることができる塗装剤混合用若しくは成型樹脂素材混合用の有彩色の光輝性パウダーに関するものである。

## 【0002】

【従来の技術】従来、この種の反射光を発する例えば塗装用混合粉末材としては、金箔粉や銀箔粉、アルミ箔粉等が一般的なものとして知られている。また、雲母やガラスフレークのような薄板状の粉末に金属メツキを施したのも知られている。

## 【0003】

【発明が解決しようとする課題】しかしながら、このような金属箔粉末や金属メツキを施した粉末の場合には、粉末それ自体が持つ金属性の光が得られるだけのものであって、前記のような多様な色彩の有彩光を得ることができないものであった。

【0004】したがって、このような従来の金属性光沢をもつ箔片状粉末を用いる場合には、有彩色の光輝性美観を得るために、塗料ワニスを目的の色の染料または透明性顔料で着色したものとして彩色せざるを得ないものであった。

【0005】しかし、この場合は、混合した染料や顔料に入射光が吸収され、また、反射光の外部透過の妨げとなるため、反射光の反射率が低下し、光輝性の低下を招くという問題を有し、かつ、光輝色も混合した染料や顔料の色と同じ色彩のものしか得られないという問題点を解決することはできないものであった。

【0006】そこで、本発明は、このような従来の手段では得られなかった全く新しい光輝性に優れた有彩色光が得られ、塗装面や成形面における美観の向上を図ることを目的とし、殊に、太陽光や自動車のヘッドランプ光のような直射光を受けると、沈潜した状態で深みのある星座のような独立光を点在的に発する塗装面や成形面を形成することができ、また、七色の有彩光の内の選定した任意の一色または任意の複数色の有彩光を発する優れた光輝性をもつパウダーを提供しようとするものであ

る。

【0007】本発明者等は、このような優れた効果を発揮することのできるパウダーとして、表面が金属光沢を有する平板状の微細粉末の表面に、透明で平滑な二酸化チタンの薄膜を形成被覆したものについて、既に開発し提案した。（例えば特願平4-209683号出願明細書参照）

【0008】本発明は、この先願発明にいう二酸化チタン膜を利用し、この二酸化チタン膜と二酸化ケイ素膜とを交互に積層することによって、パウダーにおける有彩色の彩度をより一層強め、より一段と優れた鮮やかな有彩色光を発するパウダーをここに提案しようとするものである。

## 【0009】

【課題を解決するための手段】該目的を達成するための本発明の光輝性パウダーの構成は、表面が鏡面状の金属光沢を有し可視光線の大部分を反射する性質を有する平板状の微細粉末の表面に、透明で平滑な二酸化チタンの薄膜と透明で平滑な二酸化ケイ素の薄膜とを交互に二層以上六層積層形成したものである。

【0010】本発明にいうところの基材となる平板状の微細粉末（以下これを「基材」といい、積層加工が施されたものを「パウダー」という）に被覆する二酸化チタン膜（以下実施例を除き「酸化チタン膜」という）と、二酸化ケイ素膜（以下実施例を除き「酸化ケイ素膜」という）とは、基材に対して何れを先に被覆してもよい。また、同様に最外層の被膜も何れであってもよいが、酸化ケイ素膜であることが好ましい。膜の層数は、二層以上六層までとするのがよく、七層以上積層しても、パウダーの光学特性（彩度・光輝の強さ）を向上させることが困難である。

【0011】各層の膜厚は、目的とする光輝の色彩に応じて調整する。この各膜厚は、原則として膜の屈折率×幾何学的厚み＝求める有彩色光の中心波長の4分の1厚または、その整数倍の厚さとする。ただし、この積層された膜厚を実測することは極めて困難である。しかしながら、積層膜が酸化チタンと酸化ケイ素とを交互に積層したものであることについては、積層加工を施したパウダーの表面を、アルゴンガスでスパッターエッチングしながらオーージェ電子スペクトル（AES）で表面分析することによって確認することができる。

【0012】パウダーに入射された外光は、最表層の表面での反射光と、基材の表面と第1層の膜との界面での反射光と、各膜間の界面での反射光とが、視覚に映ることとなる。そこで各被覆層の膜厚を、上記のように特定の有彩色光の波長に応じて調整することによって、特定の波長の反射光が特に強められるという原理を利用したものである。即ち、本発明は、この原理を積極的に利用し、酸化チタン膜と酸化ケイ素膜とを交互に積層し、そ

(3)

3

れぞれの膜厚を特定化することによって、その膜厚に対応して赤・黄・緑・青・藍・紫等の可視光線の反射光の色合いを、各層ごとに強め合うことができるようにし、かつまた、金属光沢を有する微細粉末を基材として選択使用することによって、有彩色の反射光をより一層鮮明な状態で得られるようにしたものである。

【0013】他方、基材となる微細粉末が、可視光線の透過率の高いものである場合には、酸化チタン膜や酸化ケイ素膜を透過した可視光線が、基材を透過してその背面側で反射する反射光が上述のパウダー表面側での反射光と重なり合って好ましくない干渉が生じ、特定色を弱めるので、特定の有彩色を強調させることができにくくなる。

【0014】そこで、本発明にいう有彩色の光輝性パウダーは、基材として使用する微細粉末を金属光沢を有し、可視光線の透過率の低い微細粉末を選択し、かつ、微細な粉末ではあっても、個々の粉末それ自体が平板状になっていて、光の反射表面が広いものを選択使用するようにしたものである。

【0015】平板状の微細粉末としては、天然産または合成した板状の酸化鉄のほか、フレーク状にした金属粉末、殊にアルミニウムやニッケルの粉末、金属箔の粉末、金属被覆を施したガラスフレークや雲母等が適している。しかしながら、粉末素材は特に限定されるものではなく、平板状で表面が鏡面状になっているものや、鏡面形成加工のし易いもの、酸化チタン膜または酸化ケイ素膜を形成し易いものであって、表面が可視光線の大部分を反射するものであればよい。

【0016】基材の粒径（平板面部分の大きさ）は、例えば $5\mu\text{m}$ ～ $200\mu\text{m}$ の範囲内のものが適しており、殊に $10\mu\text{m}$ ～ $150\mu\text{m}$ の範囲内のものが好適である。 $5\mu\text{m}$ よりも小さくすると光輝度が小さくなって目立ちにくくなり、 $200\mu\text{m}$ よりも大きくすると塗料および合成樹脂に配合した場合に塗膜または成形物表面に凹凸を生じ易く、また塗料に混合して使用した場合には、保管中または塗装作業時に容器や装置の底に沈降し易く、さらに、スプレーガンのノズルに詰まり易く噴霧塗装がしにくくなるという問題を生ずることがあって好ましくない。

【0017】酸化チタンの被膜を形成する方法は、粉末を水または有機溶媒に懸濁させ、これにチタン化合物を加え、加水分解させ、生成した水酸化チタンの微粒子を粉末表面に沈着させる方法が適している。このような湿式法に対し、真空蒸着法またはCVD法のような乾式法も適用できる。また、酸化ケイ素被膜の形成も類似の方法で行うことができる。即ち、粉末を水または有機溶媒に懸濁させ、これにケイ素化合物を加え、加水分解させ、酸化ケイ素の微粒子を粉末の表面に沈着させる。次いで、粉末を濾別し、洗浄した後、乾燥、焼成する。

【0018】使用するチタン化合物としては、四塩化チ

4

タン、酸化硫酸チタン、およびチタンのアルコキシド等が挙げられる。また、ケイ素化合物としては、例えば、ケイ酸ナトリウム、ケイ酸カリウムのような水溶性ケイ酸塩、水性のシリカゾル、オルガノシリカゾル、およびテトラエトキシシランのようなアルコキシド等が挙げられる。被膜形成処理を施した粉末は、 $200\sim 500^{\circ}\text{C}$ で熱処理する。酸化ケイ素を被覆し、さらにその表面に酸化チタン膜を被覆する場合は、酸化ケイ素膜は $120^{\circ}\text{C}$ で乾燥するだけでもよい。そして酸化チタン被膜を形成した後 $200\sim 500^{\circ}\text{C}$ で焼成する。

【0019】

【実施例】以下本発明の実施例について説明する。

#### 実施例1

厚みが $5\mu\text{m}$ 、粒径が $60\sim 120\mu\text{m}$ のガラスフレークに厚さ $0.15\mu\text{m}$ のニッケルメッキを施し、このニッケルメッキによって銀色の光輝性を放つ粉末を基材粉末として用いた。該粉末を、イソプロピルアルコールに、 $200\text{g/l}$ の濃度で懸濁させ、これに $\text{SiO}_2$ の含有量 $28.1\%$ のテトラエトキシシラン（以下TESと略称する）を $\text{SiO}_2$ として、粉末に対して $2.0\%$ 相当量を加えて溶解し、さらに、TESに対してモル比で6倍の水を加えて $60^{\circ}\text{C}$ に加熱し、60分間攪拌し続けた後、粉末を濾過、洗浄し、 $120^{\circ}\text{C}$ で乾燥した。つぎに、この粉末の表面に酸化チタンの被膜を形成するために、 $\text{TiO}_2$ の含有量 $34.4\%$ のテトライソプロポキシチタン（以下TIPTと略称する）を、 $\text{TiO}_2$ として $2.0\%$ を加えて溶解し、さらにTIPTに対しモル比で6倍の水を加えて $60^{\circ}\text{C}$ に加熱し、60分間攪拌した後、粉末を濾過、洗浄し、 $200^{\circ}\text{C}$ で30分間熱処理した。その後、得られた粉末を上述の二酸化ケイ素の膜を形成した場合と同様の条件で処理し、 $200^{\circ}\text{C}$ で熱処理して基材粉末の表面に $\text{SiO}_2/\text{TiO}_2/\text{SiO}_2$ の三層膜を形成した。このようにして得られた粉末は、酸化チタンの単一膜を被覆形成した後記の比較例1のものに比べて彩度の高い鮮やかな青色の光輝を呈した。

#### 【0020】実施例2

実施例1と同様の基材粉末およびTES、TIPTを用い、実施例1と同様の方法で基材粉末の表面に $\text{SiO}_2/\text{TiO}_2/\text{SiO}_2/\text{TiO}_2/\text{SiO}_2$ の順で被膜を形成した。このようにして得られた粉末は、前記実施例1の粉末に比べて更に鮮やかな青色を呈した。また該粉末をアクリル系の塗料ワニスに分散させて灰色のプラスチック板の表面に塗布して形成した塗膜は、入射角が $40^{\circ}$ 以内では青色で、 $40^{\circ}\sim 60^{\circ}$ の範囲では緑色の光輝を呈した。

#### 【0021】実施例3

実施例2における酸化チタンおよび酸化ケイ素の被膜形成の際、粉末の懸濁液に加えるTES、またはTIPTの量を $\text{SiO}_2$ /粉末、 $\text{TiO}_2$ /粉末の比率としてそれぞれ $1.0\%$ にした。それ以外は、前記実施例2と同

(4)

5

様の方法と手段によって処理し、 $\text{SiO}_2/\text{TiO}_2/\text{SiO}_2/\text{TiO}_2/\text{SiO}_2$  積層膜を形成した。このようにして得られた粉末は、後記比較例2のものと比べて彩度の高い金色の光輝を呈した。

#### 【0022】比較例1

実施例1と同じ基材粉末、TIP Tを用い、同様の方法と手段で基材粉末の表面に $\text{TiO}_2$ の単層膜を形成した。得られた粉末は青色の光輝を呈した。

#### 【0023】比較例2

実施例3と同じ基材粉末、TIP Tを用い、同様の方法と手段で基材粉末の表面に $\text{TiO}_2$ の単層膜を形成した。得られた粉末は青色の光輝を呈した。

【0024】以上本発明の代表的と思われる実施例について説明したが、本発明は必ずしもこれらの実施例のみに限定されるものではなく、本発明にいう前記の構成要件を備え、かつ、本発明にいう目的を達成し、以下にいう効果を有する範囲内において適宜改変して実施することができるものである。

#### 【0025】

【発明の効果】以上の説明から既に明らかなように、本発明にいう有彩色の光輝性パウダーは、パウダーそれ自体が微細なものではあるが、個々のパウダーは基材の形状と同じ平板状になっていて、広い反射面で光を反射させることができ、光輝度の高いパウダーがえられる。

【0026】基材としての微細粉末を、金属光沢を有す

6

るものとし、その表面を二酸化チタン膜と二酸化ケイ素膜とで交互に積層被覆し、その被覆膜厚を調整することによって、パウダーに入射された外光を、最表層の表面での反射光と、基材の表面と第1層との界面での反射光だけでなく、各膜間の界面での反射光とのそれぞれによって、特定の有彩色の反射光を増強させ、予め選定した彩度の高い鮮やかな有彩色を反射する。

【0027】従って、本発明の光輝性パウダーは、光透過性の塗料・インキ等のワニスに混合し、分散させて塗布することによって、被塗装固体の表面に、外光を受けるとそれぞれのパウダーの色に応じた有彩色の鮮やかな彩度の高い深みのある星座のような独立光を点在的に発する塗装面を形成することができる。また、被塗装固体の色とパウダーの反射光色とを組み合わせることによって、更にはまた、反射光色の異なるパウダーを幾種類か組み合わせて使用したり、ワニスを着色したりすることによって、種々の趣の異なる美観を呈する塗装面を得ることができるという顕著な効果を有するものである。

【0028】また、本発明の光輝性パウダーは、比較的光透過性の高い合成樹脂成形素材に混合して使用することによって、前記と同様な有彩色の鮮やかな彩度の高い深みのある星座のような特異な有彩色光を点在的に放つ、シート状・板状その他所要形状に押し出し成形した樹脂成型品を得ることができるという顕著な効果をも有するものである。

フロントページの続き

(72) 発明者 松原 伸典

大阪市平野区加美北4丁目6番50号 大阪  
真空工業株式会社内